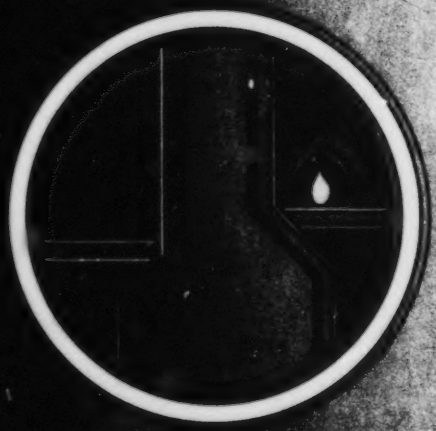
N° 85-1F

ET RT



CH-1 ET CH-2: MINERAIS D'OR DE REFERENCE CERTIFIES

R.E. STEGER ET W.S. BOWMAN

Canada

86-02870/

CH-1 ET CH-2:

MINERAIS D'OR DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS

H.F. STEGER ET W.S. BOWMAN

PROGRAMME DE RECHERCHE SUR LES MINÉRAUX
LABORATOIRES DES SCIENCES MINÉRALES

RAPPORT CANMET 85-1F

JANVIER 1985

30 pp

APR 23 1986
MICROMEDIA

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1986

En vente au Canada par l'entremise de nos

agents libraires agréés
et autres librairies

ou par la poste auprès du:

Centre d'édition du gouvernement du Canada
Approvisionnements et Services Canada
Ottawa, (Canada) K1A 0S9

N° de catalogue M 38-13/85-1F
ISBN 0-660-91687-8

au Canada: 3,95 $
à l'étranger: 4,75 $

Prix sujet à changement sans préavis

MICROMEDIA

CH-1 ET CH-2: MINERAIS D'OR DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS

par

H.F. Steger* et W.S. Bowman**

SYNOPSIS

Un échantillon de 228 kg de minerai sulfuré de cuivre-argent-or provenant de Chibougamau (Québec) a été préparé comme matériau de référence de composition pour l'or. Le matériau, désigné par CH-1, a été broyé jusqu'à -74 µm et mélangé en un lot; environ 96 kg ont été embouteillés en unités de 200 g. Les 132 kg restants de CH-1 ont été mélangés avec 17 kg de minerai d'or de référence MA-1, passés dans un tamis de -46 µm et embouteillés en unités de 200 g. Le matériau ainsi obtenu, désigné par CH-2, a été soumis à des essais d'homogénéité concernant la teneur en or par une méthode combinant l'analyse pyrognostique et l'absorption atomique.

Dans le cadre d'un programme analytique à "libre choix", 17 laboratoires ont soumis des résultats pour l'or contenu dans le CH-1 et pour un ou plusieurs des éléments suivants contenus dans le CH-2: fer, soufre, cuivre, argent et or. Suite à une analyse statistique des données, les valeurs recommandées suivantes ont été assignées: Au, 0,24 µg/g pour le CH-1; et Fe, 25,7 %; S, 17,4 %; Cu, 2,43 %; Ag, 24,2 µg/g et Au, 1,33 µg/g pour le CH-2.

---

*Chercheur scientifique et **Technologue, Laboratoires des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

Nota: D'autres membres du personnel des Laboratoires des sciences minérales ont également apporté une grande contribution à ce projet.

CH-1 AND CH-2: CERTIFIED REFERENCE GOLD ORES

by

H.F. Steger* and W.S. Bowman**

SYNOPSIS

A 228-kg sample of copper-silver-gold sulphide ore from Chibougamau, Quebec, has been prepared as a compositional reference material for gold. The material, encoded CH-1, was ground to minus 74 µm and mixed in one lot; approximately 96 kg were bottled in 200-g units. The remaining 132 kg of CH-1 were blended with 17 kg of gold reference ore MA-1, screened to pass minus 46 µm and bottled in 200-g units. The latter, encoded CH-2, was tested for homogeneity with respect to gold content by a fire assay-atomic absorption procedure.

In a "free choice" analytical program, 17 laboratories contributed results for gold in CH-1 and for one or more of iron, sulphur, copper, silver and gold in CH-2. Based on a statistical analysis of the data, the following recommended values were assigned: Au, 0.24 µg/g for CH-1; and Fe, 25.7%; S, 17.4%; Cu, 2.43%; Ag, 24.2 µg/g; and Au, 1.33 µg/g for CH-2.

---

*Research Scientist and **Technologist, Mineral Sciences Laboratories, CANMET, Energy, Mines and Resources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

Note: Major contributions were also made by other staff members of the Mineral Sciences Laboratories.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
SYNOPSIS	i
SYNOPSIS	ii
INTRODUCTION	1
NATURE ET PRÉPARATION	1
PROGRAMME INTERLABORATOIRE DE CERTIFICATION	2
TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES	12
Détection des valeurs aberrantes	12
Estimation des valeurs consensus et des limites de confiance de 95 %	12
Critère de certification	13
DISCUSSION	14
Cuivre	14
Fer	14
Argent	14
Attribut du fer, du cuivre et de l'argent	14
VÉRIFICATION D'UNE MÉTHODE ANALYTIQUE À L'AIDE DU CH-1 ET DU CH-2	18
BIBLIOGRAPHIE	19
ANNEXE A - CONFIRMATION D'HOMOGÉNÉITÉ	21
ANNEXE B - LABORATOIRES PARTICIPANTS	25

TABLEAUX

N°		
1.	Composition minéralogique du CH-1	2
2.	Composition chimique approximative	2
3.	Analyse granulométrique	2
4.	Valeurs recommandées et paramètres statistiques pour le CH-1	2
5.	Valeurs recommandées et paramètres statistiques pour le CH-2	3
6a.	Résumé des méthodes analytiques pour l'or dans le CH-1 et le CH-2	4
6b.	Résumé des méthodes analytiques pour le fer dans le CH-2	5
6c.	Résumé des méthodes analytiques pour le soufre dans le CH-2	6
6d.	Résumé des méthodes analytiques pour le cuivre dans le CH-2	7
6e.	Résumé des méthodes analytiques pour l'argent dans le CH-2	8

TABLEAUX (suite)

N°		Page
7a.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans le CH-1	9
7b.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans le CH-2	9
7c.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le fer dans le CH-2	10
7d.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le soufre dans le CH-2	10
7e.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le cuivre dans le CH-2	11
7f.	Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'argent dans le CH-2	11
8.	Valeurs de la moyenne globale, de σ_B/σ_A et de RP	13
9.	Valeurs de S_{rc} et de S_{Lc} pour le CH-1 et le CH-2	18
A10.	Confirmation d'homogénéité du CH-2 pour l'or	23

FIGURES

1a.	Histogramme pour l'or dans le CH-1	15
1b.	Histogramme pour l'or dans le CH-2	15
1c.	Histogramme pour le fer dans le CH-2	16
1d.	Histogramme pour le soufre dans le CH-2	16
1e.	Histogramme pour le cuivre dans le CH-2	17
1f.	Histogramme pour l'argent dans le CH-2	17

INTRODUCTION

La préparation, la caractérisation et la certification des minerais CH-1 et CH-2 s'insèrent dans les activités permanentes du Projet canadien des matériaux de référence certifiés (PCMRC) destiné à fournir des minerais, des concentrés et des produits connexes de référence de composition connue qui sont caractéristiques des gisements canadiens et qui ne peuvent en général être obtenus d'autres sources. Ces matériaux de référence sont produits à l'intention des laboratoires d'analyse où on effectue des travaux reliés à l'exploitation minière, à la métallurgie et aux sciences de la terre. Les autres matériaux de référence certifiés produits par le PCMRC sont décrits dans un catalogue disponible auprès du CANMET, Énergie, Mines et Ressources, Ottawa, Canada (1).

Le CH-1 et le CH-2 sont des matériaux de référence contenant de l'or et ayant une matrice riche en sulfure. Ils sont destinés à servir de compléments aux matériaux d'or de référence à matrice siliceuse beaucoup moins complexe, comme le MA-1 (2), le MA-2 (3) et le GTS-1 (4).

On a mené un programme interlaboratoire afin d'obtenir, de laboratoires utilisant des méthodes de leur choix, des résultats analytiques pour l'or seulement dans le CH-1 et pour le fer, le soufre, le cuivre, l'argent et l'or dans le CH-2. Les résultats devraient être représentatifs des plus récentes méthodes d'analyse de ces éléments dans ce type de matrice.

NATURE ET PRÉPARATION

La matière première pour le CH-1 a été recueillie à la main en 1970 par W. Petruk du CANMET à la mine de cuivre Campbell Chibougamau près de Chibougamau (Québec) (5). La composition minéralogique du gisement a été décrite par J.Y. Cote et coll. (6). La roche encaissante est de la méta-anorthosite; la minéralisation en sulfure (par ordre d'importance) est formée de pyrrhotine, de pyrite et de chalcopyrite ainsi que de faibles quantités de sphalérite, de galène et de molybdénite. Le cuivre, l'or et l'argent sont les métaux à valeur commerciale.

La matière première a été broyée à sec en mai 1983 pour passer dans un tamis de -74 µm. Le minerai en poudre pesant 228 kg a été mélangé pendant 9 h dans un mélangeur conique de 570 L. Quatre-vingt-seize kilogrammes du matériau mélangé ont été embouteillés en unités de 200 g qui ont été thermoscellées dans des sacs de polyester-feuille d'aluminium-polyéthylène pour qu'il n'y ait pas oxydation pendant la période de stockage au CANMET.

Cent trente-deux kilogrammes du minerai en poudre ont été mélangés avec 17,1 kg de minerai d'or de référence MA-1 pendant 15 h pour donner le minerai de référence CH-2. L'analyse de 15 bouteilles de CH-2 prélevées au hasard en vue de déterminer la teneur en or a montré que le matériau, et par déduction le CH-1, sont statistiquement assez homogènes pour être utilisés comme matériaux de référence (Annexe A). Cependant, au PCMRC, on n'était pas satisfait de la grandeur de la variance intra-bouteille et on supposait que le problème était dû à une distribution aléatoire des grosses particules d'or du MA-1. On a passé le mélange dans un tamis de -46 µm et l'analyse subséquente a donné une variance intra-bouteille beaucoup plus faible. Environ 103 kg de ce matériau tamisé, désigné par CH-2, ont été mélangés pendant 14 h et embouteillés en unités de 200 g.

Les tableaux 1 à 3 donnent les compositions minéralogique et chimique approximatives ainsi que les résultats de l'analyse granulométrique.

Tableau 1 - Composition minéralogique du CH-1

Minéral	Masse (%)
Pyrrhotine	39,3
Anorthosite	29,0
Albite	16,5
Pyrite	8,0
Chalcopyrite	5,7
Ferro-aluminosilicates	2,0
Hématite-magnétite	1,0
Sphalérite	0,3
Galène	trace
Quartz	trace
Orthoclase	trace

Tableau 2 - Composition chimique approximative

	Masse (%)	
Élément	CH-1	CH-2
Fe	28,23	25,7
S	19,00	17,4
Si	12,96	13,6
Al	6,86	6,8
Cu	2,44	2,4
Zn	0,20	-
Ni	0,08	-
C, total	0,04	0,1
Co	0,02	-
Pb	0,02	-
Ag	26,2 µg/g	24,2 µg/g
Au	0,24 µg/g	1,3
H_2O (105°)	0,17	0,1

Tableau 3 - Analyse granulométrique (tamisage par voie humide)

	Masse (%)	
Tranche granulométrique (µm)	CH-1	CH-2
-104 + 74	0,2	-
-74 + 46	9,4	0,1
-46 + 37	10,1	12,0
-37	80,3	87,9

PROGRAMME INTERLABORATOIRE DE CERTIFICATION

L'Annexe B contient la liste des laboratoires qui ont participé au programme de certification. On a assigné à chaque laboratoire un code numérique qui est totalement indépendant de l'ordre alphabétique. Les résultats du CANMET sont rendus publics.

On a demandé à chaque laboratoire de fournir les résultats de cinq analyses répétées pour l'or dans le CH-1 et pour le fer, le soufre, le cuivre, l'argent et l'or dans le CH-2, réalisées à l'aide des méthodes de leur choix, et de présenter les résultats sur une base "tel quel". Lorsqu'un laboratoire a présenté des ensembles de résultats pour un élément obtenus par plus d'une méthode, on a considéré ces ensembles comme statistiquement indépendants. Les tableaux 4 et 5 contiennent les valeurs recommandées pour le CH-1 et le CH-2. Les données relatives aux méthodes et à l'analyse sont présentées dans les tableaux 6a à 7f.

Tableau 4 - Valeurs recommandées et paramètres statistiques pour le CH-1

Nombre de laboratoires	17	
Nombre de groupes de résultats	18	
Nombre de résultats	88	
Moyenne	0,24 µg/g,	0,0070 oz/tonne
limites de confiance de 95 %,		
inférieure	0,22 µg/g,	0,0064 oz/tonne
supérieure	0,26 µg/g,	0,0076 oz/tonne
σ_A *	0,022 µg/g	

* Écart-type intralaboratoire moyen.

Tableau 5 - Valeurs recommandées et paramètres statistiques pour le CH-2

Élément	Nombre de laboratoires	Nombre de groupes de résultats	Nombre de résultats	Moyenne globale	LC 95 % inférieure	LC 95 % supérieure	σ_A
				masse (%)			
Fe	12	13	67	25,7	25,3	26,0	0,09
S	13	15	85	17,4	17,2	17,6	0,13
Cu	14	15	80	2,43	2,38	2,48	0,02
Ag	11	15	73	24,2 µg/g	23,7 µg/g	24,7 µg/g	0,37 µg/g
Au	17	19	94	1,33 µg/g	1,28 µg/g	1,38 µg/g	0,07 µg/g

Tableau 6a - Résumé des méthodes analytiques pour l'or dans le CH-1 et le CH-2 (valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	Lab. No	n	CH-1 $\bar{x}$ (µg/g)	CH-2 $\bar{x}$ (µg/g)
Essai pyrognostique-absorption atomique	Concentration par essai pyrognostique jusqu'à l'obtention d'un bouton de Pb; dissolution dans un acide	CANMET (a), CANMET (b), 3, 6, 8, 9, 12a, 13	41	0,26	1,31
	Concentration par essai pyrognostique (addition d'argent) jusqu'à l'obtention d'une perle d'argent	2, 15	10	0,23	1,41
		14	5	0,24	1,36
	Concentration par essai pyrognostique (addition de palladium) jusqu'à l'obtention d'une perle de palladium; dissolution dans de l'eau régale; extraction de l'Au dans de la MIBC				
Essai pyrognostique-gravimétrie	Concentration par essai pyrognostique jusqu'à l'obtention d'une perle d'argent; dissolution de l'argent; pesage de l'Au	1, 16	10	0,29	1,32
Essai pyrognostique-SAE-ICP	Concentration par essai pyrognostique jusqu'à l'obtention d'une perle d'argent ou de doré; dissolution dans de l'eau régale	4, 7	10	0,19	1,23
Essai pyrognostique-SAE-couplage direct	Concentration par essai pyrognostique jusqu'à l'obtention d'une perle d'argent; dissolution dans de l'eau régale	11	5	0,20	1,28
Analyse par activation neutronique		12b	5	0,22	1,32
Aucune donnée		10	5	0,23	1,50
Colorimétrie	Grillage; repris dans du HCl + HNO_3 + HF + Br_2; extraction de l'Au sous forme d'un complexe de bromure dans du toluène contenant 7 % de trioctylamine; formation d'un composé coloré avec une solution cétonique thio-Michler	5	5	0,23	1,45

Tableau 6b - Résumé des méthodes analytiques pour le fer dans le CH-2 (valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	Lab. No	n	$\bar{x}$ (masse, %)
Titrimétrie	HCl, HNO_3, HF, $HClO_4$, H_2SO_4 ou une combinaison de ceux-ci; précipitaton simple ou double des oxydes hydratés; repris dans du HCl dilué; réduction avec du $SnCl_2$; titrage avec du dichromate	7, 13a, 15	17	25,42
	Fusion avec du Na_2O_2 + NaOH; précipitation simple ou double de l'oxyde hydraté; repris dans du HCl dilué; réduction jusqu'au Fe(II); titrage avec du dichromate	1, 3, 12	15	25,51
	HCl +HNO_3 + Br_2; déshydratation de la silice; repris dans du HCl dilué et filtré; traitement du précipité avec du HF pour éliminer la silice; fusion du résidu avec du Na_2CO_3 et addition au filtrat; précipitation double de l'oxyde hydraté; repris dans du HCl dilué; réduction jusqu'au Fe(II) et titrage avec du dichromate	CANMET(a)	5	26,34
	Fusion avec du Na_2O_2 + NaOH; précipitation de l'oxyde hydraté; repris dans du HCl dilué; réduction avec du plomb poudre; titrage avec du sulfate d'ammonium cérique	8	5	25,72
Absorption atomique	HCl, HNO_3, HF, $HClO_4$, H_2SO_4 ou une combinaison de ceux-ci jusqu'à siccité; repris dans du HCl dilué	CANMET(b), 9, 11, 14	20	25,90
Fluorescence X	Fusion avec du $K_2S_2O_7$; broyé et réduit en boulettes	4	5	25,54

Tableau 6c - Résumé des méthodes analytiques pour le soufre dans le CH-2 (valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	Lab. No	n	$\bar{x}$ (masse, %)
Gravimétrie	HCl, HNO_3, Br_2 ou une combinaison de ceux-ci jusqu'à siccité; repris dans du HCl dilué; précipitation du sulfate avec du $BaCl_2$	9, 12, 15, 16	20	17,22
	HCl, HNO_3, $KClO_3$, $NaClO_3$, Br_2 ou une combinaison de ceux-ci; déshydratation de la silice et séparation par filtrage; précipitaton du Fe avec du $(NH_4)_2CO_3$ et séparation par filtrage; précipitation du sulfate avec du $BaCl_2$	CANMET(b), CANMET(c)	15	17,67
	Comme précédemment mais avec récupération du $BaSO_4$ soluble; réduction du filtrat de la précipitation du $BaSO_4$ à un faible volume pour récupérer le $BaSO_4$	CANMET(a)	5	17,79
	Fusion avec du Na_2O_2 +NaOH; extraction du Fe avec du NH_4OH; précipitation du sulfate avec du $BaCl_2$	8	5	17,07
Combustion-titrimétrie	Décomposition dans un four à induction Leco; titrage iodométrique avec du KI-KIO3	3, 6	15	17,19
	Décomposition dans un four à induction Leco; titrage acidimétrique avec du NaOH	11	5	17,40
Combustion-colorimétrie	Décomposition dans un four à induction Leco; mesure IR	7, 13	10	17,81
Fluorescence X	Échantillon 1:3: sable comprimé en boulettes	4	5	17,05

Tableau 6d - Résumé des méthodes analytiques pour le cuivre dans le CH-2 (valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	Lab. No	n	$\bar{x}$ (masse, %)
Absorption atomique	HCL, HNO_3, HF, $HClO_4$ ou une combinaison de ceux-ci jusqu'à siccité; repris dans du HNO_3 ou du HCl dilué	CANMET 1, 3, 7 9, 11, 12, 13, 15b	45	2,43
Titrimétrie	HCl + HNO_3 + H_2SO_4 + Br2 jusqu'à siccité; repris dans de l'acide dilué; addition de NH_4F et d'acétate de sodium; titrage avec du $Na_2S_2O_3$	15a	5	2,42
———	HCl + HNO_3 + H_2SO_4 jusqu'à siccité; repris dans de l'acide dilué; précipitation du Cu sous forme de sulfure par addition de $Na_2S_2O_3$ et ébullition; séparation par filtrage et inflammation; dissolution dans du HNO_3; réglage du pH et addition de KI; titrage avec du $Na_2S_2O_3$	8	5	2,50
SEA-ICP	HCl + $HClO_4$ jusqu'à siccité; repris dans du HCl dilué	6	10	2,45
	Fusion avec Na_2O_2 + Na_2CO_3; repris dans du HCl dilué; addition de scandium comme étalon interne	16	5	2,44
Fluorescence X	Fusion avec $K_2S_2O_7$; broyé et réduit en boulettes	4	5	2,54
Aucune donnée		10	5	2,29

Tableau 6e - Résumé des méthodes analytiques pour l'argent dans le CH-2 (valeurs aberrantes exclues)

Méthode	Décomposition, séparation, etc.	Lab. No	n	$\bar{x}$ (µg/g)
Essai pyrognostique-gravimétrie	Concentration par essai pyrognostique jusqu'à l'obtention d'une perle d'argent; pesage; dissolution de l'argent; pesage de la perle d'or; calcul de la masse d'argent par différence	1, 3, 6, 15	18	24,6
Essai pyrognostique-absorption atomique	Concentration par essai pyrognostique jusqu'à l'obtention d'un bouton de plomb; repris dans du HNO_3	CANMET(a), CANMET(b) 7, 11	20	24,5
Absorption atomique	HCl, HNO_3, HF ou une combinaison de ceux-ci jusqu'à siccité; repris dans du HCl ou du HNO_3;	8, 9, 12, 16	20	24,0
	HNO_3 + HF + H_2SO_4 + Br_2 jusqu'à siccité; extraction de l'argent sous forme de bromure dans du chloroforme contenant de la tribenzylamine; extraction avec du HBr concentré; traitement avec du HNO_3 + $HClO_4$ jusqu'à siccité; repris dans du HCl à 10 % - diéthylènetriamine à 1 %	CANMET(c)	5	24,8
	HCl + $HClO_4$ + Br_2 jusqu'à siccité; extraction de l'argent sous forme de bromure dans de la MIBC; extraction avec du HCl concentré + thio-urée à 1 % jusqu'à siccité; repris dans du HCl	CANMET(d)	5	23,5
	HCl + $HClO_4$ + Br_2 jusqu'à siccité; extraction de la silice avec du HF; jusqu'à siccité; repris dans du HCl à 20 % - diéthylènetriamine à 1 %	CANMET(e)	5	23,4

Tableau 7a - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans le CH-1

						MOYENNE	É.-T.
CANMET (FA-AA)	0.30	0.32	0.33	0.32	0.33	0.3200	0.0122
LAB- 1 (FA-G)	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.3400	0.0000
LAB- 2	0.19	0.19	0.23	0.20	0.21	0.2040	0.0167
LAB- 3 (FA-AA)	0.21	0.23	0.22	0.23	0.21	0.2200	0.0100
LAB- 4 (FA-DCP)	0.185	0.175	0.135	0.175	0.200	0.1740	0.0241
LAB- 5 (COLOR)	0.239	0.220	0.226	0.230	0.226	0.2282	0.0070
LAB- 6 (AA)	0.24	0.28	0.44			0.3200	0.1058
LAB- 7 (FA-DCP)	0.20	0.22	0.22	0.21	0.22	0.2140	0.0089
LAB- 8 (FA-G)	0.309	0.309	0.309	0.274	0.274	0.2950	0.0192
LAB- 9 (FA-AA)	0.206	0.206	0.240	0.206	0.240	0.2196	0.0186
LAB-10	0.21	0.24	0.24	0.21	0.24	0.2280	0.0164
LAB-11 (FA-DCP)	0.196	0.202	0.209	0.223	0.182	0.2024	0.0152
LAB-12 (FA-AA)	0.250	0.250	0.250	0.240	0.240	0.2460	0.0055
LAB-12 (FA-NAA)	0.238	0.207	0.220	0.203	0.210	0.2156	0.0140
LAB-13 (FA-AA)	0.260	0.222	0.232	0.214	0.296	0.2448	0.0335
LAB-14 (FA-AA)	0.207	0.204	0.243	0.265	0.290	0.2418	0.0371
LAB-15 (FA-AA)	0.24	0.27	0.24	0.24	0.24	0.2460	0.0134
LAB-16 (FA-G)	0.252	0.230	0.237	0.235	0.255	0.2418	0.0110

Tableau 7b - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'or dans le CH-2

						MOYENNE	É.-T.
CANMET (FA-AA)	1.30	1.26	1.23	1.26	1.28	1.2888	0.0380
	1.34	1.33	1.31				
CANMET (FA-AA)	1.20	1.33	1.22	1.30	1.28	1.2660	0.0546
LAB- 1 (FA-G)	1.30	1.30	1.30	1.30	1.30	1.3000	0.0000
LAB- 2	1.38	1.40	1.45	1.41	1.42	1.4120	0.0259
LAB- 3 (FA-AA)	1.40	1.39	1.48	1.49	1.39	1.4300	0.0505
LAB- 4 (FA-DCP)	1.180	1.225	1.270	1.335	1.338	1.2696	0.0689
LAB- 5 (COLOR)	1.44	1.45	1.41	1.48	1.48	1.4520	0.0295
LAB- 6 (AA)	1.17	1.23	1.11			1.1700	0.0600
LAB- 7 (FA-DCP)	1.09	1.22	1.28	1.13	1.20	1.1840	0.0750
LAB- 8 (FA-G)	1.371	1.371	1.406	1.337	1.337	1.3644	0.0288
LAB- 9 (FA-AA)	1.234	1.167	1.029	1.029	1.097	1.1112	0.0893
LAB-10	1.51	1.51	1.44	1.51	1.51	1.4960	0.0313
LAB-11 (FA-DCP)	1.31	1.26	1.35	1.29	1.21	1.2840	0.0527
LAB-12 (FA-AA)	1.45	1.60	1.45	1.40	1.50	1.4800	0.0758
LAB-12 (FA-NAA)	1.248	1.371	1.293	1.376	1.310	1.3196	0.0542
LAB-13 (FA-AA)	1.30	1.40	1.40	1.31	1.38	1.3580	0.0492
LAB-14 (FA-AA)	1.276	1.064	1.740			1.3600	0.3457
LAB-15 (FA-AA)	1.30	1.41	1.44	1.41	1.47	1.4060	0.0643
LAB-16 (FA-G)	1.317	1.317	1.367	1.340	1.325	1.3332	0.0211

Tableau 7c - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le fer dans le CH-2

						MOYENNE	É.-T.
CANMET (TITR)	26.29	26.33	26.27	26.41	26.41	26.3420	0.0657
CANMET (AA)	25.82	25.75	26.23	26.35	25.92	26.0140	0.2625
LAB- 1 (TITR)	25.65	25.67	25.64	25.61	25.65	25.6440	0.0219
LAB- 3 (TITR)	25.52	25.47	25.26	25.59	25.40	25.4480	0.1260
LAB- 4 (XRF)	25.50	25.40	25.58	25.62	25.60	25.5400	0.0906
*LAB- 6 (ICP)	26.22	26.94	27.18	26.52	26.58	26.4300	0.4012
	26.56	25.96	26.04	26.20	26.10		
LAB- 7 (TITR)	25.51	25.48	25.64	25.34	25.49	25.4920	0.1066
LAB- 8 (TITR)	25.7	25.7	25.7	25.7	25.8	25.7200	0.0447
LAB- 9 (AA)	25.6	25.3	25.6	25.4	25.3	25.4400	0.1517
*LAB-10	28.4	28.0	27.8	28.0	27.6	27.9600	0.2966
LAB-11 (AA)	27.2	27.2	27.0	27.2	27.4	27.2000	0.1414
LAB-12 (TITR)	25.43	25.46	25.40	25.46	25.41	25.4320	0.0277
LAB-13 (TITR)	25.29	25.34	25.34	25.34	25.29	25.3357	0.0378
	25.35	25.40					
*LAB-13 (ICP)	27.97	27.83	28.03			27.9433	0.1026
LAB-14 (AA)	24.97	24.80	24.83	25.01	25.02	24.9260	0.1036
LAB-15 (TITR)	25.39	25.44	25.49	25.44	25.49	25.4500	0.0418
*LAB-16 (ICP)	24.1	24.1	24.1	23.9	24.0	24.0400	0.0894

*Groupe d'aberrances

Tableau 7d - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le soufre dans le CH-2

						MOYENNE	É.-T.
CANMET (GRAV)	17.81	17.79	17.79	17.81	17.73	17.7860	0.0329
CANMET (GRAV)	17.48	17.53	17.51	17.51	17.57	17.5200	0.0332
CANMET (GRAV)	17.90	17.88	17.73	17.89	17.78	17.7390	0.1311
	17.79	17.57	17.57	17.69	17.59		
LAB- 2 (GRAV)	17.54	17.57	17.52	17.58	17.58	17.5580	0.0268
LAB- 3 (COMB)	16.71	16.79	16.72	16.94	16.86	16.8040	0.0971
LAB- 4 (XRF)	17.08	16.88	17.12	17.16	17.00	17.0480	0.1110
LAB- 6 (COMB)	17.92	17.40	17.65	17.83	17.93	17.3780	0.4855
	17.29	16.44	17.36	16.84	17.12		
LAB- 7 (COMB)	17.7	17.5	17.3	17.1	17.2	17.3600	0.2408
LAB- 8 (GRAV)	17.08	17.05	17.06	17.08	17.07	17.0680	0.0130
LAB- 9 (GRAV)	17.1	17.2	17.2	17.1	17.2	17.1600	0.0548
LAB-11 (COMB)	17.5	17.3	17.2	17.4	17.6	17.4000	0.1581
LAB-12 (GRAV)	17.20	17.25	17.26	17.24	17.23	17.2360	0.0230
LAB-13 (COMB)	17.8	18.3	18.2	18.8	18.2	18.2600	0.3578
*LAB-14 (COMB)	15.07	14.95	14.98	15.17	15.10	15.0540	0.0896
LAB-15 (GRAV)	17.64	17.66	17.49	17.39	17.57	17.5500	0.1116
LAB-16 (GRAV)	16.89	17.00	17.09	16.78	16.88	16.9280	0.1195

*Groupe d'aberrances

Tableau 7e - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour le cuivre dans le CH-2

						MOYENNE	É.-T.
CANMET (AA)	2.21	2.23	2.22	2.22	2.23	2.2220	0.0084
LAB- 1 (AA)	2.52	2.50	2.52	2.50	2.50	2.5080	0.0110
LAB- 3 (AA)	2.45	2.46	2.46	2.46	2.46	2.4580	0.0045
LAB- 4 (XRF)	2.538	2.526	2.526	2.556	2.548	2.5388	0.0133
LAB- 6 (ICP)	2.40	2.44	2.41	2.43	2.49	2.4490	0.0448
	2.44	2.53	2.48	2.48	2.39		
LAB- 7 (AA)	2.44	2.44	2.48	2.46	2.46	2.4560	0.0167
LAB- 8 (TITR)	2.47	2.52	2.51	2.49	2.50	2.4980	0.0192
LAB- 9 (AA)	2.37	2.36	2.37	2.38	2.39	2.3740	0.0114
LAB-10	2.27	2.48	2.26	2.27	2.15	2.2860	0.1197
LAB-11 (AA)	2.51	2.50	2.49	2.50	2.49	2.4980	0.0084
LAB-12 (AA)	2.51	2.50	2.50	2.51	2.51	2.5060	0.0055
LAB-13 (AA)	2.39	2.37	2.38	2.38	2.38	2.3800	0.0071
*LAB-14 (AA)	2.13	2.09	2.26	2.21	2.25	2.1880	0.0750
LAB-15 (TITR)	2.39	2.41	2.40	2.39	2.41	2.4000	0.0100
LAB-15 (AA)	2.40	2.44	2.44	2.44	2.40	2.4240	0.0219
LAB-16 (ICP)	2.42	2.46	2.42	2.45	2.45	2.4400	0.0187

*Groupe d'aberrances

Tableau 7f - Résultats analytiques, moyennes et écarts-types de laboratoire pour l'argent dans le CH-2

						MOYENNE	É.-T.
CANMET (FA-AA)	24.00	23.83	23.75	23.83	23.75	23.8320	0.1021
CANMET (FA-AA)	26.33	26.58	26.33	25.92	25.83	26.1980	0.3136
CANMET (AA)	24.4	25.4	25.3	24.6	24.2	24.7800	0.5404
CANMET (AA)	23.5	24.3	24.1	23.2	22.3	23.4800	0.7950
CANMET (AA)	23.2	23.6	23.2	23.3	23.6	23.3800	0.2049
LAB- 1 (FA-G)	24.	24.	25.	25.	25.	24.6000	0.5477
LAB- 3 (FA-G)	24.51	24.71	24.76	24.66	24.64	24.6560	0.0940
*LAB- 4 (FA-G)	17.2	16.5	18.2			17.3000	0.8544
LAB- 6 (FA-G)	23.2	23.8	23.4			23.4667	0.3055
LAB- 7 (FA-AA)	24.2	24.0	24.1	24.1	24.1	24.1000	0.0707
LAB- 8 (AA)	24.0	24.3	24.7	24.7	24.3	24.4000	0.3000
LAB- 9 (AA)	24.	25.	24.	24.	24.	24.2000	0.4472
*LAB-10	21.1	20.9	20.3	21.5	21.1	20.9800	0.4382
LAB-11 (FA-AA)	23.7	23.7	23.7	23.8	23.5	23.6800	0.1095
LAB-12 (AA)	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0000	0.0000
*LAB-13 (AA)	21.5	21.3	21.8	21.5	21.8	21.5800	0.2168
LAB-14 (AA)	20.2	20.7	20.2	20.6	20.9	20.5200	0.3114
*LAB-15 (FA-G)	24.3	26.4	24.7	24.7	25.4	25.1000	0.8276
LAB-16 (AA)	22.	22.	23.	23.	22.	22.4000	0.5477

*Groupe d'aberrances

TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES

DÉTECTION DES VALEURS ABERRANTES

Tout groupe de résultats nettement douteux pour des raisons méthodologiques a été rejeté. De plus, afin de ne pas fausser les statistiques, on n'a pas tenu compte, dans les calculs subséquents, des groupes de résultats dont les moyennes s'écartaient de plus du double de l'écart-type global par rapport à la moyenne calculée initialement. Tous les résultats qui ont été rejetés sont identifiés dans les tableaux 7a à 7f.

ESTIMATION DES VALEURS CONSENSUS ET DES LIMITES DE CONFIANCE DE 95 %

On s'est basé sur une analyse de variance pour estimer la valeur consensus et sa variance. Dans cette approche, on considère que les résultats du programme de certification décrit ne constituent qu'un échantillon d'un groupe universel de résultats. On a supposé que les données analytiques étaient appropriées au modèle (7).

$$x_{ij} = \mu + y_i + e_{ij}$$

où x_{ij} = j^e résultat du groupe i,
μ = valeur consensus vraie,
y_i = écart entre la moyenne des résultats du groupe i ($\bar{x}_i.$) et μ, et
e_{ij} = écart entre x_{ij} et $\bar{x}_i.$.

On suppose que y_i et e_{ij} ont tous deux des distributions normales avec des moyennes de zéro et des variances de ω^2 et σ^2 respectivement. On évalue la signification de ω^2 en comparant le rapport des carrés moyens intergroupes aux carrés moyens intragroupes avec la valeur de F au niveau de confiance de 95 % et avec les degrés de liberté appropriés.

La valeur consensus du modèle considéré est évaluée d'après la moyenne globale $\bar{x}..$ par:

$$\bar{x}.. = \sum_i^k \sum_j^{n_i} x_{ij} \Big/ \sum_i^k n_i$$

où n_i = nombre de résultats du groupe i, et
k = nombre de groupes.

La valeur de σ_2 est évaluée d'après s_1^2 qui est donné par

$$s_1^2 = \sum_i^k \sum_j^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i.)^2 \Big/ \sum_i^k n_i - k.$$

La valeur de ω^2 est évaluée d'après

$$\omega^2 = (s_2^2 - s_1^2) \Big/ \frac{1}{k-1}\left(\sum_i^k n_i - \sum_i^k n_i^2 / \sum_i^k n_i\right)$$

où

$$s_2^2 = \sum_i^k n_i (\bar{x}_i. - \bar{x}..)^2 \Big/ k - 1$$

La variance de la moyenne globale est donnée par

$$V[\bar{x}..] = \left(\sum_i^k n_i^2 / (\sum_i^k n_i)^2\right) \omega^2 + \left(1/\sum_i^k n_i\right) \sigma^2$$

et les limites de confiance de 95 % pour $\bar{x}..$ sont

$$\bar{x}.. \pm t_{0,975,\,(k-1)} \sqrt{V[\bar{x}..]}.$$

Il faut remarquer que des limites de confiance de 95 % signifient que pour 100 exécutions du programme de certification, la moyenne globale serait dans 95 cas à l'intérieur des limites prévues.

L'écart-type moyen intragroupe, σ_A, est une mesure de la précision moyenne à l'intérieur des bouteilles telle que déterminée par les méthodes analytiques utilisées. Il en découle donc qu'un laboratoire utilisant une méthode de reproductibilité moyenne ou supérieure devrait obtenir des résultats individuels pour un élément certifié donné dont la précision est au mòins comparable à la valeur indiquée pour σ_A.

CRITÈRE DE CERTIFICATION

Le rapport de l'écart-type interlaboratoire à l'écart-type intralaboratoire, σ_B/σ_A, dans lequel

$$\sigma_B = \sqrt{\left[\sum_i^k \bar{x}_i. - (\sum_i^k \bar{x}_i.)/k\right]^2 \Big/ k - 1}$$

est une mesure de la qualité des données de certification pour les matériaux de référence du PCMRC (8). La limite maximale admissible pour σ_B/σ_A est de 3 pour tous les éléments à l'exception de l'uranium pour lequel une limite maximale de 2 est plus réaliste.

Le critère de certification d'un élément dans un matériau de référence est le paramètre RP, le pourcentage des groupes de résultats qui doivent être rejetés pour qu'on obtienne une valeur de σ_B/σ_A égale ou inférieure à la limite admissible. RP ne doit pas dépasser 15 %.

Les valeurs de la moyenne globale, de σ_E/σ_A et de RP pour le CH-1 et le CH-2 sont données au tableau 8.

Tableau 8 - Valeurs de la moyenne globale, de σ_B/σ_A et de RP

Matériau	Élément	Moyenne	σ_B/σ_A	RP
CH-1	Au	0,24 µg/g	2,1	0,0
CH-2	Fe	25,7 %	2,2	41
	S	17,4 %	2,8	6,3
	Cu	2,43 %	2,9	31
	Ag	23,7 µg/g	2,4	21
	Au	1,33 µg/g	1,6	0,0

DISCUSSION

Le tableau 6 est un résumé d'une classification méthodologique des résultats analytiques acceptés dans laquelle il y a une distinction nette entre les différentes méthodes de décomposition, de séparation et de dosage. On n'a pas essayé, pour quelque élément que ce soit, de détecter s'il existe une différence statistiquement importante entre les moyennes globales des méthodes plus courantes étant donné qu'il n'y avait pas généralement un nombre suffisant de données pour justifier ce test.

Le tableau 8 indique que seulement l'or dans les deux matériaux et le soufre dans le CH-2 étaient assez bien caractérisés par le programme interlaboratoire pour être considérés comme certifiés. Les histogrammes pour tous les éléments sont présentés aux figures 1a à 1f.

Cuivre

Une analyse des résultats basée sur des considérations chimiques et méthodologiques a indiqué qu'il n'y avait pas lieu de rejeter d'autres résultats.

Fer

En comparant la qualité des résultats par méthode, on a constaté que la méthode de spectroscopie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (SEA-ICP) était la moins souhaitable parce que les valeurs intralaboratoires ou interlaboratoires étaient relativement peu compatibles. Le PCMRC a par conséquent considéré qu'il était justifié de rejeter ces trois groupes de résultats et de recalculer les paramètres statistiques appropriés. Cette opération n'a produit aucun changement de la moyenne globale mais a réduit son incertitude.

Les utilisateurs qui comptent utiliser le CH-2 comme matériau de référence dans la méthode SEA-ICP doivent le faire avec beaucoup de soins.

Argent

Un examen des résultats a révélé qu'un groupe était nettement constitué de valeurs aberrantes (laboratoire 4). La moyenne globale des résultats obtenus par les méthodes comprenant une étape de concentration par analyse pyrognostique était de 24,45 µg d'Ag/g tandis que celle obtenue par une méthode comprenant une décomposition par plusieurs acides était de 23,07 µg d'Ag/g. Dans ce dernier cas, il y a trois groupes sur 10 qui ont des valeurs sensiblement plus faibles que les autres. Lorsqu'on rejette ces trois groupes, on obtient comme moyenne globale des sept autres groupes 23,95 µg d'Ag/g, ce qui est compatible avec les résultats de l'analyse pyrognostique. Le PCMRC a donc décidé de recalculer la valeur moyenne et les paramètres statistiques associés après avoir rejeté les résultats des laboratoires 4, 10, 13 et 14. La nouvelle moyenne globale est de 24,2 µg/g.

Attribut du fer, du cuivre et de l'argent

On ne peut pas assigner à la valeur moyenne initiale pour le cuivre et aux moyennes recalculées pour le fer et l'argent un attribut de valeurs certifiées en raison de la grandeur de leur incertitude ou des modifications effectuées dans leur calcul. Ces éléments sont toutefois assez bien caractérisés pour qu'on leur assigne l'attribut de valeurs recommandées.

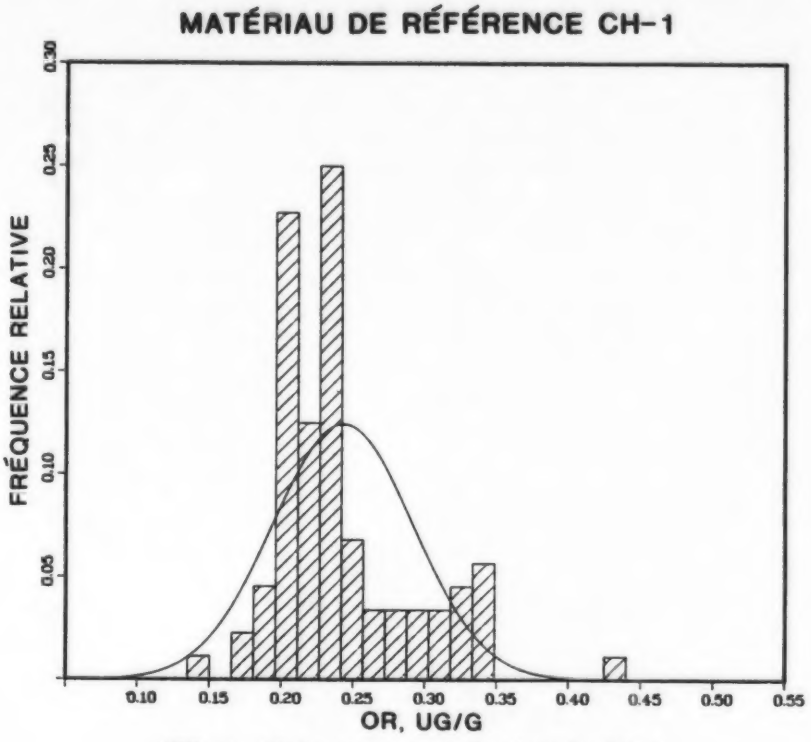


FIG. 1a - Histogramme pour l'or dans le CH-1

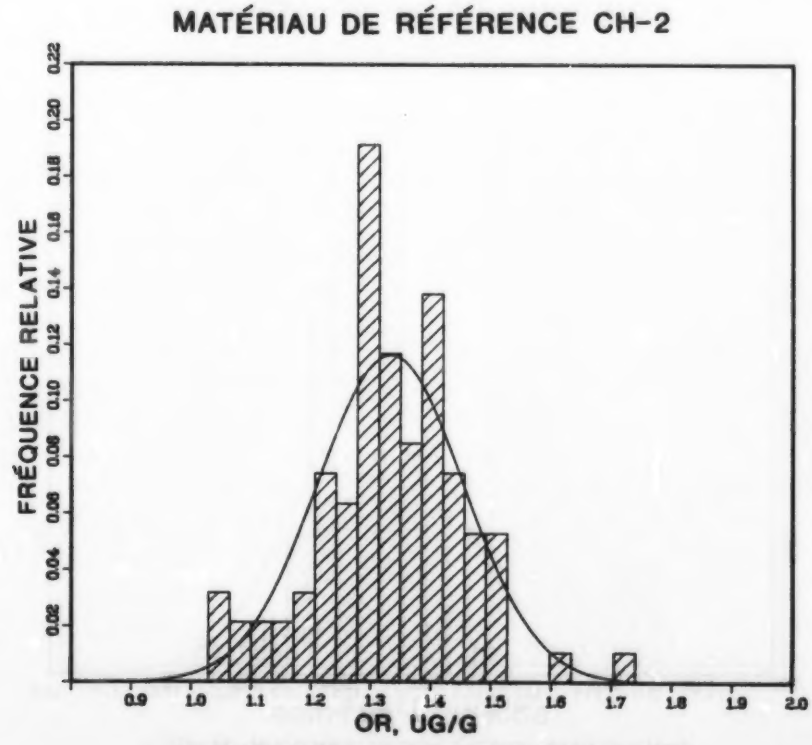


FIG. 1b - Histogramme pour l'or dans le CH-2

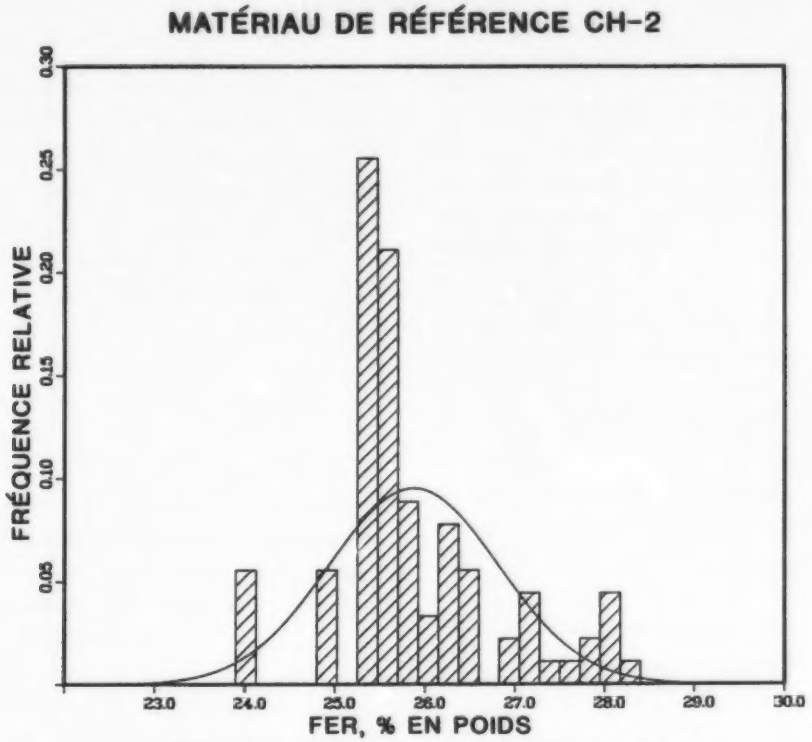


FIG. 1c - Histogramme pour le fer dans le CH-2

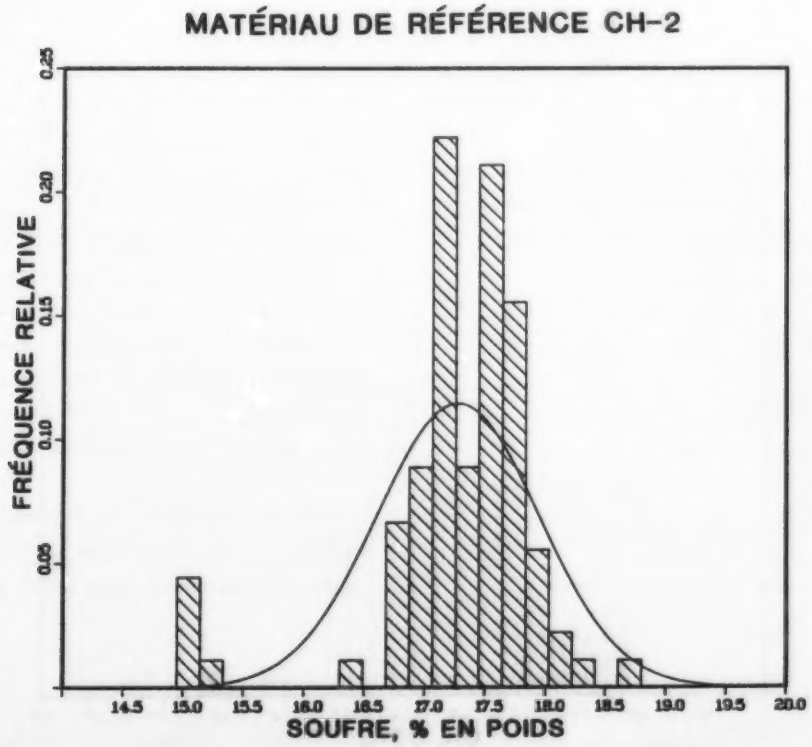


FIG. 1d - Histogramme pour le soufre dans le CH-2

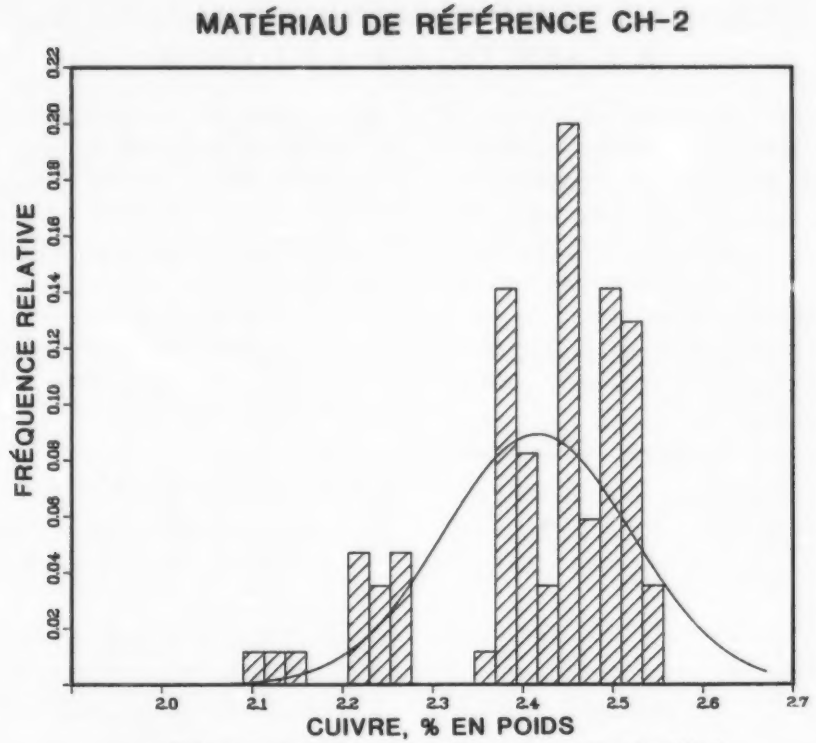


FIG. 1e – Histogramme pour le cuivre dans le CH-2

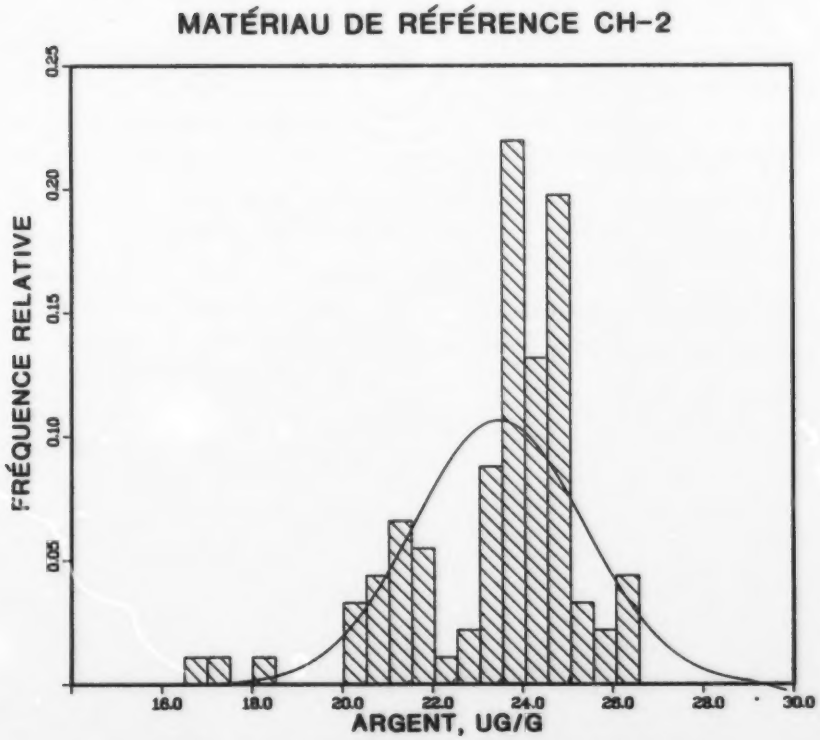


FIG. 1f – Histogramme pour l'argent dans le CH-2

VÉRIFICATION D'UNE MÉTHODE ANALYTIQUE À L'AIDE DU CH-1 ET CH-2

On effectue n analyses répétées (à partir de sous-échantillons distincts) en utilisant la méthode analytique que l'on veut vérifier. On recommande d'utiliser la valeur n = 10 pour une analyse unique. Pour la vérification périodique de la précision d'une méthode analytique, la valeur n = 2 est suffisante pour chaque analyse; cependant, le nombre total d'analyses répétées doit être supérieur à 10.

On calcule les paramètres statistiques suivants:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^{n} X_i / n \text{ - moyenne}$$

$$S_W = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \bar{X})^2 \Big/ n - 1} \text{ - écart-type intralaboratoire estimé, c.-à-d. fidélité de la méthode}$$

n est le nombre de résultats analytiques restant après le rejet des valeurs aberrantes.

a) Vérification de la fidélité

On calcule

$$F = \frac{(S_W)^2}{(S_{rc})^2}$$

où S_{rc} est l'écart-type intralaboratoire pour le CH-1 et le CH-2.

On compare F avec $F_o = F_{o,95,\ n-1,\ DF_c}$ que l'on peut prendre dans n'importe quel ouvrage de statistique. Lorsque le degré de liberté DF_c n'est pas donné dans le certificat, utiliser $DF_c = 60$.

$F \leq F_o$: la méthode analytique est assez fidèle;

$F > F_o$: la méthode analytique n'est pas aussi fidèle que les méthodes utilisées pour la certification des MR.

b) Vérification de la précision

$$\text{Lorsque } \left| \bar{X} - A_c \right| \leq 2\, S_{Lc}$$

la méthode analytique a une précision suffisante. Sinon, elle n'est pas considérée aussi précise que les méthodes des laboratoires qui sont acceptés dans le programme de certification.

Les valeurs de A_c sont données en tant que "moyennes globales" dans les tableaux 4 et 5, et les valeurs de S_{rc} et l'écart-type interlaboratoire, S_{Lc}, sont donnés au tableau 9.

Tableau 9 - Valeurs de S_{rc} et de S_{Lc} pour le CH-1 et le CH-2

Matériau	Élément	S_{rc}	S_{Lc}
CH-1	Au	0,025 µg/g	0,043 µg/g
CH-2	Fe	0,18 %	0,71 %
	S	0,22 %	0,35 %
	Cu	0,036 %	0,083 %
	Ag	0,43 µg/g	0,89 µg/g
	Au	0,024 µg/g	0,097 µg/g

BIBLIOGRAPHIE

1. Steger, H.F. "Matériaux de référence"; Rapport CANMET 83-3F, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1983.

2. Faye, G.H.; Bowman, W.S. et Sutarno, R. "Gold ore, MA-1: Its characterization and preparation for use as a certified reference material" Report MRP/MSL 75-29(TR). CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1975.

3. Steger, H.F. et Bowman, W.S. "MA-2: Minerai d'or de référence certifié" Rapport CANMET 81-13E. CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1981.

4. Steger, H.F. et Bowman, W.S. "GTS-1: Un échantillon de résidus d'or de référence" Rapport CANMET 84-4F, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1984.

5. Petruk, W. "Field trip to northern Quebec and Ontario in connection with the program of chemically certified standards" MSD Internal Report MS 70-52. CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, 1970.

6. Cote, J.Y.; Strasser, J.G. et Cauchon, A. "Campbell Chibougamau" dans "Milling Practice in Canada" CIM Special Volume 16, D.E. Pickett, Éditeur, p. 91, 1979.

7. Brownlee, K.A. Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering. New York: John Wiley and Sons, Inc., 1960.

8. Steger, H.F. "A re-assessment of the criterion for certifiability in CCRMP." Geo-standards Newsletter VI:17-23, 1982.

9. Sutarno, R. et Steger, H.F. "The use of certified reference materials in the verification of analytical data and methods." Talanta (sous presse).

ANNEXE A

CONFIRMATION D'HOMOGÉNÉITÉ

CONFIRMATION D'HOMOGÉNÉITÉ

L'homogénéité du CH-2, et du CH-1 par déduction, a été confirmée au CANMET par l'analyse en triple de 15 bouteilles visant à déterminer la teneur en or, à l'aide d'une méthode combinant l'essai pyrognostique et l'absorption atomique (A10). Le matériau a été divisé en 14 lots de 38 bouteilles et un 15^{e} lot de 32 bouteilles. Le code numérique de la première bouteille a été choisi au hasard à l'intérieur du premier lot. Les codes numériques des autres bouteilles choisies ont été formés en ajoutant toujours 38 au code de la bouteille précédente. Le tableau A10 montre les résultats.

Tableau A10 - Confirmation d'homogénéité du CH-2 pour l'or

	Au (µg/g)			
Bouteille N	Valeur par essai			Moyenne
10	1,45	1,30	1,30	1,350
48	1,45	1,48	1,37	1,433
85	1,31	1,33	1,37	1,337
123	1,37	1,35	1,27	1,330
161	1,55	1,33	1,40	1,427
199	1,40	1,27	1,30	1,323
236	1,27	1,23	1,30	1,267
274	1,40	1,43	1,37	1,400
312	1,33	1,40	1,51	1,413
349	1,40	1,27	1,27	1,313
387	1,47	1,27	1,40	1,380
425	1,27	1,40	1,43	1,367
462	1,27	1,29	1,27	1,277
500	1,47	1,43	1,33	1,410
538	1,40	1,31	1,27	1,327
			moyenne globale:	1,357

Analyse de variance

Source de variation	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carrés moyens
Intergroupe	14	0,11670	$8,3356 \times 10^{-3}$
Intragroupe	30	0,15007	$5,0022 \times 10^{-3}$
Total	44	0,26676	

Valeur de F calculée = 1,666

F.95 (14,30) = 2,037

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour l'or.

On s'est basé sur une analyse de variance pour évaluer l'homogénéité (8). Dans ce cas, on compare le rapport du carré moyen interbouteille au carré moyen intrabouteille avec la variable statistique F au niveau de probabilité de 95%. On n'a trouvé aucun indice d'inhomogénéité d'une bouteille à l'autre pour l'or. L'écart-type intrabouteille, σ = 0,0707 µg d'Au/g, est acceptable à cette concentration mais a été considéré trop élevé par le PCMRC, particulièrement lorsqu'on tient compte de la précision intrabouteille obtenue pour le CH-1. On a conclu que la faible précision obtenue pour le CH-2 était due à la présence de grosses particules d'or natif provenant du MA-1 ajouté. Par conséquent, on a tamisé le CH-2 et retenu seulement les particules passant dans un tamis de 46 µm comme matériau de référence. Les analyses subséquentes du CH-2 donnent une précision intrabouteille qui est plus acceptable du point de vue chimique.

BIBLIOGRAPHIE

A10. Moloughney, P.E. "A fire-assay and wet chemical method for the determination of palladium, platinum, gold and silver in ores and concentrates" Talanta 27:365-367, 1980.

ANNEXE B

LABORATOIRES PARTICIPANTS

LABORATOIRES PARTICIPANTS

Atlantic Analytical Services Ltd.
Saint-Jean (Nouveau-Brunswick)
W. Wilson

Bondar-Clegg and Company Ltd.
Vancouver nord (Colombie-Britannique)
R.K. Rogers

Bondar-Clegg and Company Ltd.
Ottawa (Ontario)
P. Haulena

CANMET, Laboratoires des Sciences minérales
Énergie, Mines et Ressources Canada
Ottawa (Ontario)

Chemex Labs Alberta Ltd.
Calgary (Alberta)
R.B. Pang

Chemex Labs Ltd.
Vancouver nord (Colombie-Britannique)
B.L. Twaites

Hudson Bay Mining and Smelting Company Ltd.
Flin Flon (Manitoba)
D. Allen

Inco Ltd.
J. Roy Gordon Research Laboratory
Mississauga (Ontario)
V.J. Zatka

Inco Ltd.
Process Technology
Copper Cliff (Ontario)
J. Bozic

Kamloops Research and Assay Laboratory Ltd.
Kamloops (Colombie-Britannique)
D. Blundell

Kidd Creek Mines Ltd.
Timmins (Ontario)
J.M. Labrecque

Lakefield Research of Canada Ltd.
Lakefield (Ontario)
D.M. Wyslouzil

MINTEK
Randburg (Afrique du Sud)
E.J. Ring

Les Mines Noranda Limité
Noranda (Québec)
M. Bédard

Centre de recherches Noranda
Pointe Claire (Québec)
J.D. Kerbyson

Ontario Ministry of Natural Resources
Geoscience Laboratories
Toronto (Ontario)
C. Riddle

Technical Services Laboratories
Mississauga (Ontario)
A.H. Debnam

X-ray Assay Laboratories Ltd.
Don Mills (Ontario)
E.J. Brooker